

DOCKET NO.: 264931US0PCT

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Thomas HILL et al.  
SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION  
FILED: HEREWITH  
INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/EP03/08044  
INTERNATIONAL FILING DATE: July 23, 2003  
FOR: METHOD FOR WORKING UP CRUDE 1,3-BUTADIENE

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**  
**AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Commissioner for Patents  
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<b><u>COUNTRY</u></b>	<b><u>APPLICATION NO</u></b>	<b><u>DAY/MONTH/YEAR</u></b>
Germany	102 33 621.0	24 July 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/EP03/08044. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon  
Attorney of Record  
Registration No. 24,618  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423

Customer Number

**22850**

(703) 413-3000  
Fax No. (703) 413-2220  
(OSMMN 08/03)

10/522194

Rec'd PCT/PTO 24 JAN 2005

PCT/EP 03/08044

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

10/522194

**PRIORITY  
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

10/522194



REC'D 22 AUG 2003

WIPO

PCT

## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:**

102 33 621.0

**Anmeldetag:**

24. Juli 2002

**Anmelder/Inhaber:**

BASF Aktiengesellschaft, Ludwigshafen/DE

**Bezeichnung:**

Verfahren zur Aufarbeitung von Roh-1,3-Butadien

**IPC:**

C 07 C 7/08

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 16. Juni 2003  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

Dzierzon

BASF Aktiengesellschaft

24. Juli 2002  
B02/0475 IB/HKE/bl/vo

5

---

**Verfahren zur Aufarbeitung von Roh-1,3-Butadien**

---

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufarbeitung eines Gemisches von Kohlenwasserstoffen, das durch Extraktivdestillation aus einem C<sub>4</sub>-Schnitt erhalten wurde.

Der Begriff C<sub>4</sub>-Schnitt bezeichnet Gemische von Kohlenwasserstoffen mit überwiegend 4 Kohlenstoffatomen pro Molekül. C<sub>4</sub>-Schnitte werden beispielsweise bei der Herstellung von Ethylen und/oder Propylen durch thermisches Spalten, üblicherweise in Steamcrackern oder FCC-Crackern (Fluidized Catalytic Cracking) einer Petroleumfraktion, wie verflüssigtes Petroleumgas, Leichtbenzin oder Gasöl, erhalten. Weiterhin werden C<sub>4</sub>-Schnitte bei der katalytischen Dehydrierung von n-Butan und/oder n-Buten erhalten. C<sub>4</sub>-Schnitte enthalten in der Regel Butane, n-Buten, Isobuten, 1,3-Butadien, daneben geringe Mengen an sonstigen Kohlenwasserstoffen, darunter Butine, insbesondere 1-Butin (Ethylacetylen) und Butenin (Vinylacetylen). Dabei beträgt der 1,3-Butadiengehalt von C<sub>4</sub>-Schnitten aus Steamcrackern im allgemeinen 10 bis 80 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 70 Gew.-%, insbesondere 30 bis 60 Gew.-%, während der Gehalt an Vinylacetylen und Ethylacetylen im allgemeinen 5 Gew.-% nicht übersteigt.

Die Auftrennung von C<sub>4</sub>-Schnitten ist wegen der geringen Unterschiede in den relativen Flüchtigkeiten der Komponenten ein kompliziertes destillationstechnisches Problem. Daher wird die Auftrennung durch eine sogenannte Extraktivdestillation durchgeführt, d. h. eine Destillation unter Zugabe eines selektiven Lösungsmittels (auch als Extraktionsmittel bezeichnet), das einen höheren Siedepunkt als das aufzutrennende Gemisch aufweist und das die Unterschiede in den relativen Flüchtigkeiten der aufzutrennenden Komponenten erhöht.

Es sind eine Vielzahl von Verfahren zur Auftrennung von C<sub>4</sub>-Schnitten mittels Extraktivdestillation unter Verwendung von selektiven Lösungsmitteln bekannt. Ihnen ist gemeinsam, dass sich durch Gegenstromführung des aufzutrennenden C<sub>4</sub>-Schnittes in Dampfform

mit dem flüssigen selektiven Lösungsmittel bei geeigneten thermodynamischen Bedingungen, in der Regel bei niedrigen Temperaturen, häufig im Bereich von 20 bis 80°C und bei moderaten Drücken, häufig bei Normaldruck bis 6 bar, das selektive Lösungsmittel mit den Komponenten aus dem C<sub>4</sub>-Schnitt belädt, zu denen es eine höhere Affinität hat, wogegen  
5 die Komponenten, zu denen das selektive Lösungsmittel eine geringere Affinität hat, in der Dampfphase verbleiben und als Kopfstrom abgezogen werden. Aus dem beladenen Lösungsmittelstrom werden anschließend unter geeigneten thermodynamischen Bedingungen, d.h. bei höherer Temperatur und/oder niedrigerem Druck gegenüber dem ersten Verfahrensschritt, in einem oder mehreren weiteren Verfahrensschritten die Komponenten  
10 fraktioniert aus dem selektiven Lösungsmittel freigesetzt.

Häufig wird die Extraktivdestillation von C<sub>4</sub>-Schnitten in der Weise gefahren, dass die Komponenten des C<sub>4</sub>-Schnittes, für die das selektive Lösungsmittel eine geringere Affinität als für 1,3-Butadien hat, insbesondere die Butane und die Butene, im Wesentlichen in  
15 der Gasphase verbleiben, wogegen 1,3-Butadien sowie weitere Kohlenwasserstoffe, für die das selektive Lösungsmittel eine höhere Affinität als für 1,3-Butadien hat, vom selektiven Lösungsmittel im Wesentlichen vollständig absorbiert werden. Die Gasphase wird als Kopfstrom abgezogen und häufig als Raffinat 1 bezeichnet. Ein derartiges Verfahren ist beispielsweise in der DE-A 198 188 10 beschrieben, wobei das Raffinat 1 der in den Figu-  
20 ren 1 und 2 mit Gbc bezeichnete Kopfstrom der Extraktivdestillationskolonne E I ist.

Die Aufarbeitung des mit 1,3-Butadien sowie mit weiteren Kohlenwasserstoffen, für die das selektive Lösungsmittel eine höhere Affinität als für 1,3-Butadien hat beladenen selektiven Lösungsmittels erfolgt in der Regel durch fraktionierte Desorption, wobei die im selektiven Lösungsmittel absorbierten Kohlenwasserstoffe in der umgekehrten Reihenfolge ihrer Affinität zum selektiven Lösungsmittel desorbiert werden.

Ein derartiges Verfahren ist beispielsweise in DE-A 198 188 10 beschrieben, wonach das selektive Lösungsmittel, das mit 1,3-Butadien und mit sonstigen C<sub>4</sub>-Kohlenwasserstoffen  
30 beladen ist, und als sogenannte Extraktionslösung ad bezeichnet ist, in einer Verfahrensstufe 3 in eine Desorptionszone mit gegenüber der Extraktionszone vermindertem Druck und/oder erhöhter Temperatur überführt und dabei aus der Extraktionslösung ad 1,3-Butadien desorbiert wird, wobei der Hauptteil der sonstigen C<sub>4</sub>-Kohlenwasserstoffe in der flüssigen Phase verbleibt. Dabei werden zwei getrennte Ströme abgezogen, und zwar 1,3-  
35 Butadien als Roh-1,3-Butadien-Strom und das mit sonstigen C<sub>4</sub>-Kohlenwasserstoffen beladene selektive Lösungsmittel als Extraktionslösung d. Aus der Extraktionslösung d werden schließlich in einer zweiten Desorptionszone mit gegenüber der ersten Desorptionszone

vermindertem Druck und/oder erhöhter Temperatur und mit einem Druck- und/oder Temperaturgradienten noch darin verbliebenes 1,3-Butadien und die sonstigen C<sub>4</sub>-Kohlenwasserstoffe mindestens als zwei getrennte Fraktionen fraktioniert desorbiert.

- 5 Nach herrschender Meinung war es bislang nicht möglich, die Acetylene und das 1,2-Butadien aus dem Roh-1,3-Butadien mit vertretbarem wirtschaftlichem Aufwand destillativ abzutrennen. Besonders problematisch waren hierbei die geringen Unterschiede in den relativen Flüchtigkeiten sowie die hohe Reaktivität der den Roh-1,3-Butadien-Strom bildenden Komponenten.

10

Demgegenüber war es Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, das mit vertretbarem wirtschaftlichem Aufwand die destillative Abtrennung von Acetylenen und 1,2-Butadien aus einem Roh-1,3-Butadien-Strom ermöglicht und dabei gleichzeitig eine sichere Verfahrensführung gewährleistet. Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht somit eine destillative Ausarbeitung von Roh-1,3-Butadien-Strömen ohne den aufwändigen vorgeschalteten Verfahrensschritt einer Abtrennung der Acetylene durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel.

15

Die Lösung besteht in einem kontinuierlichen Verfahren zur Auftrennung eines Gemisches von Kohlenwasserstoffen, das durch Extraktivdestillation eines C<sub>4</sub>-Schnittes mit einem selektiven Lösungsmittel erhalten wurde, und das die Kohlenwasserstoffe aus dem C<sub>4</sub>-Schnitt umfasst, die im selektiven Lösungsmittel besser löslich sind als die Butane und die Butene, das dadurch gekennzeichnet ist, dass das Gemisch einer ersten Destillationskolonne zugeführt wird, worin es in einen Kopfstrom aufgetrennt wird, umfassend 1,3-Butadien, Propin, gegebenenfalls weitere Leichtsieder und gegebenenfalls Wasser sowie in einen Sumpfstrom umfassend 1,3-Butadien, 1,2-Butadien, Acetylene sowie gegebenenfalls weitere Schwersieder, wobei der Anteil des 1,3-Butadiens im Sumpfstrom der Destillationskolonne dergestalt geregelt wird, dass er mindestens so hoch ist, dass er die Acetylene außerhalb des selbstzersetzungsgefährdeten Bereiches verdünnt und dass der Kopfstrom der ersten Destillationskolonne einer zweiten Destillationskolonne zugeführt und in der zweiten Destillationskolonne in einen Kopfstrom, umfassend Propin, gegebenenfalls weitere Leichtsieder und gegebenenfalls Wasser und einen Sumpfstrom, umfassend Rein-1,3-Butadien, aufgetrennt wird.

30

- 35 Erfindungsgemäß wird somit ein Roh-1,3-Butadien-Strom in einer Destillationskolonne einer bezüglich 1,3-Butadien unscharfen destillativen Auftrennung unterworfen, wobei die Acetylene und 1,2-Butadien als Sumpfstrom abgezogen werden, der mit 1,3-Butadien au-

Berhalb des selbstzersetzungsgefährdeten Bereiches verdünnt ist. Im Übrigen wird Butadien, gemeinsam mit Propin, gegebenenfalls weiteren Leichtsiedern und gegebenenfalls Wasser als Kopfstrom der Destillationskolonne abgezogen.

- 5 Der Kopfstrom der Destillationskolonne wird bevorzugt in einem Kondensator am Kolonnenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf erneut auf die Kolonne aufgegeben und im Übrigen einer zweiten Destillationskolonne zugeführt, und darin in einen Kopfstrom, der Propin und gegebenenfalls weitere Leichtsieder umfasst und in einen Sumpfstrom, umfassend Rein-1,3-Butadien, aufgetrennt.

10

In beiden vorstehend beschriebenen Destillationskolonnen können grundsätzlich alle für Butadien-Destillationen üblichen trennwirksamen Einbauten eingesetzt werden. Weil sie sich leichter reinigen lassen, sind Böden besonders geeignet.

- 15 Die Zusammensetzung des Roh-1,3-Butadienstromes ist abhängig von der Zusammensetzung des C<sub>4</sub>-Schnittes, der der Extraktivdestillation zugeführt wurde und umfasst in der Regel die gesamten Acetylene, das gesamte 1,2-Butadien, 30 bis 70 % des cis-2-Butens sowie mindestens 99 % des 1,3-Butadiens aus dem C<sub>4</sub>-Schnitt.

- 20 Dabei werden vorliegend die niedriger als 1,3-Butadien siedenden Kohlenwasserstoffe als Leichtsieder und die höher als 1,3-Butadien siedenden Kohlenwasserstoffe als Schwersieder bezeichnet. Ein typischer Leichtsieder ist Propin, Schwersieder sind überwiegend Kohlenwasserstoffe mit einer Dreifachbindung, im Folgenden als Acetylene bezeichnet, insbesondere 1-Butin (Ethylacetylen) und Butenin (Vinylacetylen).

- Der vorliegend in Verbindung mit der Zusammensetzung von bei der destillativen Aufarbeitung erhaltenen Strömen verwendete Begriff "gegebenenfalls" bedeutet, dass die danach aufgeführten Komponenten, je nach konkreter Verfahrensführung, insbesondere je nach Zusammensetzung des eingesetzten C<sub>4</sub>-Schnittes, des eingesetzten Lösungsmittels und/oder eingesetzter Hilfsstoffe in den jeweiligen Strömen vorhanden sein können.
- 30

- Die destillative Abtrennung der Acetylene und des 1,2-Butadiens aus dem Roh-1,3-Butadien ist aufgrund der hohen Reaktivität derselben sowie aufgrund der geringen Unterschiede in relativen Flüchtigkeiten der den Roh-1,3-Butadien-Strom bildenden Komponenten ein kompliziertes destillationstechnisches Problem. Es wurde jedoch überraschend gefunden, dass die destillative Abtrennung der Acetylene und des 1,2-Butadiens mit vertretbarem energetischem Aufwand möglich ist und dabei gleichzeitig eine sichere Verfah-
- 35

rensführung gewährleistet werden kann, indem die Acetylene und das 1,2-Butadien als Sumpfstrom aus einer Destillationskolonne abgezogen werden, und dabei mit 1,3-Butadien außerhalb des selbstzersetzungsgefährdeten Bereiches verdünnt werden. Hierfür ist in der Regel eine Verdünnung des Sumpfstromes auf unterhalb von 30 Mol-%, Acetylene ausreichend. C4-Schnitte weisen in der Regel Zusammensetzungen in Gew-% in den nachstehenden Bereichen auf:

1,3-Butadien	10 bis 80
Butene	10 bis 60
10 Butane	5 bis 40
sonstige C <sub>4</sub> -Kohlenwasserstoffe und	0,1 bis 5
sonstige Kohlenwasserstoffe, insbesondere	
C <sub>3</sub> - und C <sub>5</sub> -Kohlenwasserstoffe	0 bis maximal 5.

- 15 Der Begriff Rein-1,3-Butadien bezeichnet vorliegend einen Strom mit einem Gehalt von mindestens 99 Gew.-% 1,3-Butadien, bevorzugt von mindestens 99,6 Gew.-% 1,3-Butadien, Rest Verunreinigungen, insbesondere 1,2-Butadien und cis-2-Buten.

- 20 In einer bevorzugten Verfahrensalternative werden der Sumpfstrom aus der ersten Destillationskolonne und der Kopfstrom aus der zweiten Destillationskolonne einer Reaktivdestillationskolonne zugeführt, in der in heterogener Katalyse mit Wasserstoff eine Selektivhydrierung der Dreifachbindungen aufweisenden Kohlenwasserstoffe zu Doppelbindungen aufweisenden Kohlenwasserstoffen durchgeführt wird, bei Teilumsatz der Acetylene, unter Erhalt eines Kopfstromes, umfassend 1,3-Butadien, Butane, Butene sowie nicht-hydrierte Kohlenwasserstoffe mit Dreifachbindungen und einen Schwersieder umfassenden Sumpfstrom, der ausgeschleust wird.

Insbesondere wird Vinylacetylen zum Wertprodukt 1,3-Butadien selektiv hydriert.

- 30 Der Kopfstrom der Reaktivdestillationskolonne oder ein Teilstrom desselben kann bevorzugt in die Extraktivdestillationskolonne rezykliert werden. Es ist jedoch auch möglich, den Kopfstrom der Reaktivdestillationskolonne oder einen Teilstrom desselben aus der Anlage abzuziehen, anderweitig weiter zu verarbeiten, beispielsweise einem Cracker-Feed beizumischen, oder zu verbrennen.

35

Die bevorzugte Verfahrensweise mit der Extraktivdestillation nachgeschalteter Selektivhydrierung der Acetylene ist verfahrenstechnisch insbesondere bezüglich der Auswahlmög-

lichkeiten für den Katalysator vorteilhaft, da die Selektivhydrierung in einer Verfahrensstufe durchgeführt wird, in der praktisch kein selektives Lösungsmittel mehr im Reaktionsgemisch vorliegt. Würde die Selektivhydrierung dagegen, wie in bekannten Verfahren, in der Extraktivdestillationskolonne und somit in Gegenwart des selektiven Lösungsmittels durchgeführt werden, so wäre die Auswahl des Katalysators erheblich durch das selektive Lösungsmittel eingeschränkt, das die Hydrierung unselektiver machen kann. In der Extraktivdestillation nachgeschalteten Selektivhydrierung gibt es dagegen keine derartigen Einschränkungen bezüglich der Katalysatorauswahl.

- 10 Die Erfindung wird im Folgenden anhand einer Zeichnung sowie eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Figur 1 zeigt die schematische Darstellung einer Anlage zur destillativen Auftrennung eines Roh-1,3-Butadien-Stromes.

15

Ein Roh-1,3-Butadien-Strom  $C_4H_6$  bezeichnet, wird einer ersten Destillationskolonne K I zugeführt, und in derselben in einen Kopfstrom K I-K und einen Sumpfstrom K I-S aufgetrennt. Der Kopfstrom K I-K wird in einem Kondensator K am Kolonnenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf wieder auf die Kolonne aufgegeben, und im Übrigen abgezogen und einer zweiten Destillationskolonne K II zugeführt. Der Sumpfstrom K I-S wird abgezogen und einer Reaktivdestillationskolonne RDK zugeführt.

20

In der zweiten Destillationskolonne K II erfolgt eine Auftrennung in einen Kopfstrom K II-K, der in einem Kondensator K kondensiert, teilweise als Rücklauf wieder auf die Kolonne aufgegeben und im Übrigen ebenfalls in die Reaktivdestillationskolonne RDK geführt wird. Der Sumpfstrom K II-S der zweiten Destillationskolonne K II wird als Rein-1,3-Butadien-Strom abgezogen.

In der Reaktivdestillationskolonne RDK werden durch Selektivhydrierung mit Wasserstoff in Gegenwart eines heterogenen Katalysators die Dreifachbindungen aufweisenden Kohlenwasserstoffe zu Doppelbindungen aufweisenden Kohlenwasserstoffen hydriert. Es wird ein Kopfstrom RDK-K abgezogen, in einem Kondensator K kondensiert, teilweise erneut auf der Reaktivdestillationskolonne RDK aufgegeben und im Übrigen vorzugsweise, wie in der Fig. dargestellt, in die Extraktivdestillationskolonne rezykliert.

35

Der Sumpfstrom der Reaktivdestillationskolonne, Strom RDK-S, der überwiegend Schwersieder enthält, wird aus der Anlage ausgeschleust und vorzugsweise verbrannt.



**Beispiel: Destillative Aufarbeitung von Roh-1,3-Butadien**

5 Ein Roh-1,3-Butadienstrom  $C_4H_6$ , der durch Extraktivdestillation aus einem  $C_4$ -Schnitt gewonnen wurde, wurde einer Destillationskolonne mit 80 theoretischen Trennstufen auf der 25. Stufe, bei Zählung der Trennstufen von unten nach oben, zugeführt. Der Roh-1,3-Butadienstrom  $C_4H_6$  hatte die folgende Zusammensetzung in Gew.-%:

10	Propin	0,11
	1,3-Butadien	98,58
	1,2-Butadien	0,30
	1-Butin	0,30
	Vinylacetylen	0,56
	Wasser	0,15.

15 Er wurde in der ersten Destillationskolonne K I in einen Kopfstrom K I-K aufgetrennt, mit nachstehender Zusammensetzung in Gew.-%:

20	Propin	0,11
	1,3-Butadien	99,73
	Wasser	0,16

sowie in einen Sumpfstrom K I-S, mit nachstehender Zusammensetzung in Gew.-%:

30	cis-Buten-2	0,52
	1,3-Butadien	40,0
	1,2-Butadien	15,1
	1-Butin	13,75
	Vinylacetylen	29,17
	3-Methylbuten-1	0,98
	2-Methylbuten-2	0,48.

35 Der Kopfstrom K I-K der ersten Destillationskolonne K I wurde in einen Abzug (1/7 des Kopfstromes K I-K) und in einen Rücklauf (6/7 des Kopfstromes K I-K) aufgeteilt. Der Abzug wurde einer zweiten Destillationskolonne K II mit 25 theoretischen Trennstufen, auf die 14. Trennstufe zugeführt, und in einen Kopfstrom K II-K mit folgender Zusammensetzung in Gew.-%:

Propin	79,52
1,3-Butadien	20,0 und
Wasser	0,48

5

sowie einen Sumpfstrom K II-S, umfassend Rein-1,3-Butadien, mit einem Gehalt an 1,3-Butadien von 99,99 %, aufgetrennt. Der Sumpfstrom K II-S wurde als Wertprodukt abgezogen.

10

Gegenüber einem bekannten Verfahren zur Gewinnung von 1,3-Butadien aus einem C<sub>4</sub>-Schnitt, mit Abtrennung der Acetylene von 1,3-Butadien durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel wurde durch das vorliegende Verfahren eine Energieeinsparung von ca. 9 % erreicht. Darüber hinaus wurde die Anlage durch Einsparung der Kolonne für die Abtrennung der Acetylene von 1,3-Butadien durch Extraktivdestillation vereinfacht, mit entsprechender Reduzierung der Investitionskosten und des Platzbedarfes.

15

BASF Aktiengesellschaft

24. Juli 2002  
B02/0475 IB/HKE/bl/vo**Patentansprüche**

- 5
1. Kontinuierliches Verfahren zur Auftrennung eines Gemisches von Kohlenwasserstoffen, das durch Extraktivdestillation eines C<sub>4</sub>-Schnittes (C<sub>4</sub>) mit einem selektiven Lösungsmittel (LM) erhalten wurde, und das die Kohlenwasserstoffe aus dem C<sub>4</sub>-Schnitt (C<sub>4</sub>) umfasst, die im selektiven Lösungsmittel (LM) besser löslich sind als die Butane und die Butene, dadurch gekennzeichnet, dass das Gemisch einer ersten Destillationskolonne (K I) zugeführt wird, worin es in einen Kopfstrom (K I-K) aufgetrennt wird, umfassend 1,3-Butadien, Propin, gegebenenfalls weitere Leichtsieder und gegebenenfalls Wasser sowie in einen Sumpfstrom (K I-S), umfassend 1,3-Butadien, 1,2-Butadien, Acetylene sowie gegebenenfalls weitere Schwersieder, wobei der Anteil des 1,3-Butadiens im Sumpfstrom (K I-S) der Destillationskolonne (K I) dergestalt geregelt wird, dass er mindestens so hoch ist, dass er die Acetylene außerhalb des selbstzersetzungsgefährdeten Bereiches verdünnt und dass der Kopfstrom (K I - K) der ersten Destillationskolonne (K I) einer zweiten Destillationskolonne (K II) zugeführt und in der zweiten Destillationskolonne (K II) in einen Kopfstrom (K II-K), umfassend Propin, gegebenenfalls weitere Leichtsieder und gegebenenfalls Wasser und einen Sumpfstrom (K II-S), umfassend Rein-1,3-Butadien, aufgetrennt wird.
- 10
- 15
- 20
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Anteil des 1,3-Butadiens im Sumpfstrom (K I-S) der Destillationskolonne (K I) dergestalt geregelt wird, dass der Anteil der Acetylene im Sumpfstrom (K I-S) kleiner als 30 Mol.-% ist.
- 25
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Sumpfstrom aus der ersten Destillationskolonne und der Kopfstrom aus der zweiten Destillationskolonne einer Reaktivdestillationskolonne zugeführt werden, in der in heterogener Katalyse mit Wasserstoff eine Selektivhydrierung der Dreifachbindungen aufweisenden Kohlenwasserstoffe zu Doppelbindungen aufweisenden Kohlenwasserstoffen durchgeführt wird, bei Teilumsatz der Acetylene, unter Erhalt eines Kopfstromes, umfassend 1,3-Butadien, Butane, Butene sowie nicht-hydrierte Kohlenwasserstoffe mit Dreifachbindungen und einen Schwersieder umfassenden Sumpfstrom, der ausgeschleust wird.
- 30
- 35

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Kopfstrom (RDK-K) aus der Reaktivdestillationskolonne (RDK) oder ein Teilstrom desselben in die Extraktivdestillation rezykliert wird.

BASF Aktiengesellschaft

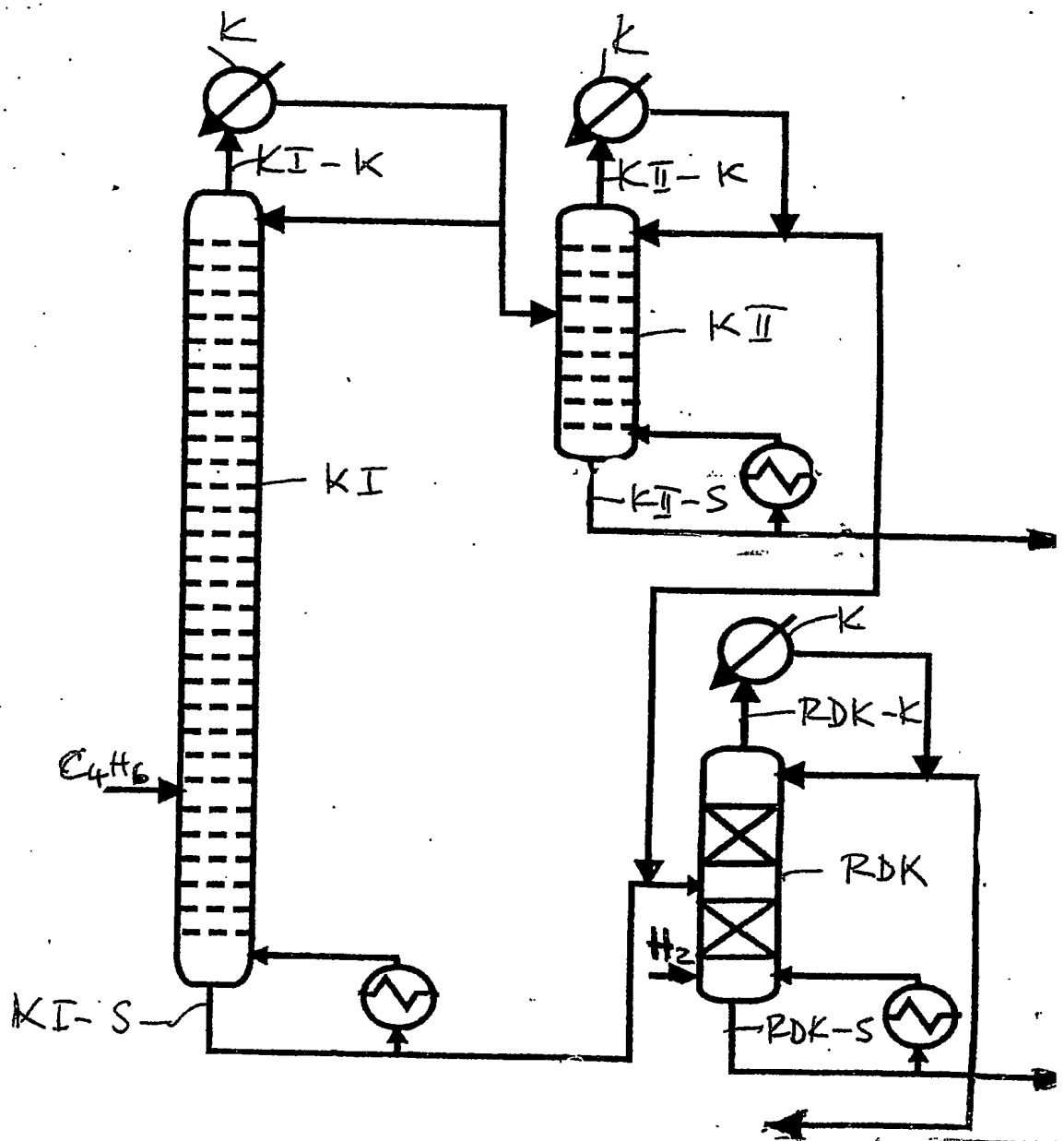
24. Juli 2002  
B02/0475 IB/HKE/bl/vo**Zusammenfassung**

5

Die Erfindung betrifft ein kontinuierliches Verfahren zur Auftrennung eines Gemisches von Kohlenwasserstoffen, das durch Extraktivdestillation eines C<sub>4</sub>-Schnittes (C<sub>4</sub>) mit einem selektiven Lösungsmittel (LM) erhalten wurde, und das die Kohlenwasserstoffe aus dem C<sub>4</sub>-Schnitt (C<sub>4</sub>) umfasst, die im selektiven Lösungsmittel (LM) besser löslich sind als die Butane und die Butene. Das Gemisch wird einer ersten Destillationskolonne (K I) zugeführt, worin es in einen Kopfstrom (K I-K) aufgetrennt wird, umfassend 1,3-Butadien, Propin, gegebenenfalls weitere Leichtsieder und gegebenenfalls Wasser sowie in einen Sumpfstrom (K I-S), umfassend 1,3-Butadien, 1,2-Butadien, Acetylene sowie gegebenenfalls weitere Schwersieder, wobei der Anteil des 1,3-Butadiens im Sumpfstrom (K I-S) der Destillationskolonne (K I) dergestalt geregelt wird, dass er mindestens so hoch ist, dass er die Acetylene außerhalb des selbstzersetzungsgefährdeten Bereiches verdünnt. Der Kopfstrom (K I - K) der ersten Destillationskolonne (K I) einer zweiten Destillationskolonne (K II) zugeführt und in der zweiten Destillationskolonne (K II) in einen Kopfstrom (K II-K), umfassend Propin, gegebenenfalls weitere Leichtsieder und gegebenenfalls Wasser und einen Sumpfstrom (K II-S), umfassend Rein-1,3-Butadien, aufgetrennt.

(Figur 1)

FIG. 1



BEST AVAILABLE COPY

B0210425